

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-195789

(P2001-195789A)

(43) 公開日 平成13年7月19日 (2001.7.19)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード(参考)
G 1 1 B 7/26		G 1 1 B 7/26	4 K 0 2 9
C 2 3 C 14/34		C 2 3 C 14/34	A 5 D 1 2 1

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願2000-594(P2000-594)

(22) 出願日 平成12年1月6日 (2000.1.6)

(71) 出願人 000006264

三菱マテリアル株式会社

東京都千代田区大手町1丁目5番1号

(72) 発明者 姜 仁鎬

兵庫県三田市テクノパーク12-6 三菱マ

テリアル株式会社三田工場内

(72) 発明者 小田 淳一

兵庫県三田市テクノパーク12-6 三菱マ

テリアル株式会社三田工場内

(74) 代理人 100076679

弁理士 富田 和夫 (外1名)

Fターム(参考) 4K029 BA10 BA46 BA51 BD12 CA05

DC03 DC05 DC09

5D121 AA04 EE09 EE14

(54) 【発明の名称】 スパッタ割れのない光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲット

(57) 【要約】

【課題】 大電力スパッタリングを行っても割れ発生がない光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットを提供する。

【解決手段】 二酸化ケイ素: 10~30mol%、In: 0.5~30mol%を含有し、残りがカルコゲン化亜鉛からなる組成を有する焼結体からなるスパッタリングターゲット。

sputter target

10-30% SiO₂

0.5-30% In

remainder chalcogen treated Zn

【特許請求の範囲】

【請求項1】 二酸化ケイ素：10～30mol%、In：0.5～30mol%を含有し、残りがカルコゲン化亜鉛からなる組成を有する焼結体からなることを特徴とするスパッタ割れのない光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲット。

【請求項2】 前記カルコゲン化亜鉛は硫化亜鉛であることを特徴とする請求項1記載のスパッタ割れのない光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲット。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、スパッタリング時に割れが発生することがなくかつ機械的強度に優れたカルコゲン化亜鉛（ZnS、ZnSe、ZnTe）—二酸化ケイ素系焼結体からなる光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットに関するものであり、特に大電力スパッタリングを行っても割れが発生することのない光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットに関するものである。

【0002】

【従来の技術】一般に、光ビームを用いて情報の記録および消去を行う光ディスクなどの光記録媒体には、その表面に保護膜が形成されており、この光記録媒体保護膜は純度：99.999重量%以上の二酸化ケイ素と純度：99.999重量%以上の硫化亜鉛からなり、相対密度が90%以上有する焼結体で構成されたターゲットをスパッタすることにより形成されることは知られている。

【0003】この従来の光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットは、純度：99.999重量%以上の硫化亜鉛粉末に対し、純度：99.999重量%以上の二酸化ケイ素粉末：10～30mol%を添加し、均一に混合し、得られた混合粉末を加圧後焼結することにより製造することも知られている（特開平6-65725号公報参照）。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】近年、光記録媒体の製造効率を向上させるために大型の光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットを用いて大電力スパッタリングすることにより高速かつ効率良く光記録媒体保護膜を形成し、それによって光ディスクなど光記録媒体の生産効率の向上およびコスト削減を行おうとしている。しかし、従来の硫化亜鉛—二酸化ケイ素焼結体からなる大型化した光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットを用いて大電力スパッタリングを行うとターゲットに割れ発生し（以下、スパッタリング中にターゲットに割れ発生する現象を「スパッタ割れ」という）、そのために大型の光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットを用いて大電力スパッタリングを行うことはできなかった。また、従来の硫化亜鉛—二酸化ケイ素焼結

からなる光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットは、機械的強度、特に曲げ応力に対する強度（曲げ強さ）が不足しているところから、ターゲットを大型化すると運搬中に破損することがあり、ターゲットの大型化には限界があった。

【0005】

【課題を解決するための手段】そこで、本発明者らは、大電力スパッタリングを行ってもスパッタ割れがなくかつ高い曲げ強さを有する大型の光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットを得るべく研究を行なった結果、

＊（a）従来の二酸化ケイ素：10～30mol%を含有し、残りが硫化亜鉛からなる組成を有するスパッタリングターゲットに、さらにInを0.5～30mol%を含有せしめたスパッタリングターゲットは、大電力スパッタリングを行ってもスパッタリング中にターゲットに割れが発生することはなく、またこのInを0.5～30mol%を含有せしめたスパッタリングターゲットは、従来の光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットよりも高い曲げ強さを有するところから一層大型化することができる、（b）光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットの成分として硫化亜鉛（ZnS）が最も好ましいが、硫化亜鉛（ZnS）に代えてセレン化亜鉛（ZnSe）、テルル化亜鉛（ZnTe）を用いても同じく優れた効果を奏するところから、二酸化ケイ素：10～30mol%を含有し、残りがカルコゲン化亜鉛からなる組成を有するスパッタリングターゲットに、さらにInを0.5～30mol%を含有せしめたスパッタリングターゲットであっても良い、という研究結果が得られたのである。

【0006】この発明は、かかる研究結果に基づいて成されたものであって、

（1）二酸化ケイ素：10～30mol%、In：0.5～30mol%を含有し、残りがカルコゲン化亜鉛からなる組成を有する焼結体からなるスパッタ割れのない光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲット、

（2）二酸化ケイ素：10～30mol%、In：0.5～30mol%を含有し、残りが硫化亜鉛からなる組成を有する焼結体からなるスパッタ割れのない光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲット、に特徴を有するものである。

【0007】この発明の光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットにおいて、Inの含有量を0.5～30mol%に限定した理由は、Inの含有量が0.5mol%未満ではスパッタリング中にターゲットが割れるスパッタ割れを十分に防ぐことはできず、またターゲットの十分な曲げ強さ向上効果も得られないので好ましくない。一方、Inが30mol%を越えて含有すると、スパッタリングして得られた膜の透明度が減少し、光記録媒体保護膜としての機能が低下するので好ましく

9-14

ない。したがってこの発明の光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットに含まれるInは0.5~30mol%に定めた。Inの含有量の一層好ましい範囲は15~30mol%であり、さらに一層好ましい範囲は20~25mol%である。

【0008】なお、この発明の光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットに含まれる二酸化ケイ素の含有量は10~30mol%であるが、この二酸化ケイ素の含有量は通常の含有量であるからその限定理由の説明は省略する。

【0009】この発明の光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットは、Ar雰囲気中で加熱して脱ガスした純度：99.999重量%以上を有するカルコゲン化亜鉛粉末に対し、純度：99.999重量%以上の二酸化ケイ素粉末：10~30mol%およびIn：0.5~30mol%を添加し、これをポリボットに入れ、4~6時間乾式混合を行うことにより均一に混合し、得られた混合粉末をホットプレスすることにより製造する。

【0010】前記ホットプレスは、Arガス雰囲気中、圧力：29.4~39.2MPa(300~400kgf/cm²)、温度：850~1000℃(好ましくは、950~970℃)、5~7時間保持し、この保持温度から冷却速度：1~3℃/minで常温まで冷却することにより行われる。

【0011】この様にして製造したホットプレス焼結体からなるこの発明の光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットは、高い曲げ強さを有するところから直径を大きくして大型のターゲットを製造しても破損することがなく、さらに大電力スパッタリングを行ってもターゲットに割れが発生しにくいところから成膜効率は一層向上する。また、この発明のInを0.5~30mol%含有したターゲットを用いて作製した光記録媒体保護膜を積層した光記録媒体は、オーバーライトの繰り返しに伴うジッターの増大を抑える作用もある。

【0012】

【発明の実施の形態】原料粉末として、純度：99.999重量%以上を有する市販のSiO₂粉末、純度：99.999重量%以上を有する市販のZnS粉末、Zn

Se粉末、ZnTe粉末およびIn粉末を用意した。前記ZnS粉末、ZnSe粉末およびZnTe粉末についてはガスを除去する目的でAr雰囲気中、昇温速度：

2.2℃/minで加熱したのち650℃で1時間保持の脱ガス熱処理を施した。

【0013】実施例1

SiO₂粉末、脱ガス熱処理したZnS粉末およびIn粉末を表1に示される割合になるように配合し、この配合粉末をポリボットの中に入れ、5時間乾式混合し、得られた混合粉末をホットプレスの黒鉛型に充填し、Arガス雰囲気中、圧力：34.3MPa(350kgf/cm²)、温度：1000℃、6時間保持の条件でホットプレスし、次いで2℃/minの冷却速度で冷却することによりホットプレス体を作製し、このホットプレス体を機械加工することにより直径：500mm、厚さ：5mmの寸法を有し、前記配合組成と同じ成分組成を有する円盤状の本発明光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲット(以下、本発明ターゲットという)1~14、比較光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲット(以下、比較ターゲットという)1~2および従来光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲット(以下、従来ターゲットという)1を作製した。

【0014】これら本発明ターゲット1~14、比較ターゲット1~2および従来ターゲット1について相対密度を測定し、さらにJIS R1601による3点曲げ強さを測定してその結果を表1に示したのち、これらターゲットをモリブデン製の冷却用バックングプレートに純度：99.999重量%のイリジウムろう材にてハンダ付けし、これを高周波マグネトロンスパッタリング装置にセットし、

・スパッタガス：Ar、
・スパッタガス圧力：5×10⁻³Torr、
・スパッタ電力：13.56MHzの高周波電力1500Kw(約8.5W/cm²)、
の条件で30時間大電力スパッタリングを行い、ターゲットに割れが発生したか否かを目視にて観察し、その結果を表1に示した。

【0015】

【表1】

ターゲット		粉末の配合組成 (モル%)			ターゲットの特性		
		SiO ₂	In	ZnS	相対密度 (%)	曲げ強度 (N/mm ²)	30時間大電カスパックした後のターゲット割れの有無
本 発 明	1	10	2.5	残	97	40.1	無
	2	10	5.3	残	98	38.2	無
	3	15	6.0	残	98	40.0	無
	4	20	8.0	残	98	43.4	無
	5	20	5.8	残	98	38.9	無
	6	27	4.5	残	97	40.3	無
	7	30	9.0	残	97	37.9	無
	8	15	12.4	残	98	39.0	無
	9	20	14.5	残	98	45.2	無
	10	20	18.6	残	98	42.1	無
	11	20	21.3	残	97	40.3	無
	12	20	26.1	残	98	40.3	無
	13	20	28.4	残	98	39.9	無
	14	10	29.7	残	97	42.4	無
比 較	1	20	*0.1	残	93	30.5	有
	2	20	*32	残	98	40.0	無 (但し、膜の透明度減少)
従来1		20	*—	残	94	26.4	有

(*印は、この発明の範囲から外れた値を示す)

【0016】実施例2

SiO₂ 粉末、熱処理したZnSe粉末およびIn粉末を表2に示される割合になるように配合し、この配合粉末をポリボットの中に入れ、5時間乾式混合し、得られた混合粉末をホットプレスの黒鉛型に充填し、Arガス雰囲気中、圧力：34.3MPa (350kgf/cm²)、温度：1000℃、6時間保持の条件でホットプレスし、次いで2℃/minの冷却速度で冷却することによりホットプレス体を作製し、このホットプレス体を機械加工することにより直径：500mm、厚さ：5mmの寸法を有し、前記配合組成と同じ成分組成を有する円盤状の本発明ターゲット15～28、比較ターゲット3～4および従来ターゲット2を作製した。

【0017】これら本発明ターゲット15～28、比較ターゲット3～4および従来ターゲット2について相対*

*密度を測定し、さらにJISR1601による3点曲げ強さを測定してその結果を表2に示したのち、これらターゲットをモリブデン製の冷却用バックアッププレートに純度：99.999重量%のイリジウムろう材にてハンダ付けし、これを高周波マグネトロンスパッタリング装置にセットし、

・スパッタガス：Ar、

・スパッタガス圧力 5×10^{-3} Torr、

30 ・スパッタ電力：13.56MHzの高周波電力1500Kw (約8.5W/cm²)、

の条件で30時間大電カスパッタリングを行い、ターゲットに割れが発生したか否かを目視にて観察し、その結果を表2に示した。

【0018】

【表2】

ターゲット		粉末の配合組成 (モル%)			ターゲットの特性		
		SiO ₂	In	ZnSe	相対密度 (%)	曲げ強度 (N/mm ²)	30時間大電力スパッタした後のターゲット割れの有無
本発明	15	20	0.6	残	98	38.4	無
	16	20	3.4	残	97	38.8	無
	17	20	5.9	残	98	40.1	無
	18	20	7.0	残	98	39.0	無
	19	20	9.8	残	97	39.5	無
	20	20	13.5	残	98	42.1	無
	21	20	16.4	残	97	42.5	無
	22	20	19.4	残	98	38.6	無
	23	20	23.8	残	98	39.5	無
	24	20	26.3	残	97	41.1	無
	25	20	29.8	残	97	38.8	無
	26	30	11.3	残	97	42.2	無
比較	3	20	*0.2	残	95	30.4	有
	4	20	*33	残	97	40.2	無 (但し、膜の透明度減少)
従来2		20	*—	残	94	26.3	有

(*印は、この発明の範囲から外れた値を示す)

【0019】実施例3

SiO₂ 粉末、熱処理したZnTe粉末およびIn粉末を表3に示される割合になるように配合し、この配合粉末をポリボットの中に入れ、5時間乾式混合し、得られた混合粉末をホットプレスの黒鉛型に充填し、Arガス雰囲気中、圧力：34.3MPa (350kgf/cm²)、温度：1000℃、6時間保持の条件でホットプレスし、次いで2℃/minの冷却速度で冷却することによりホットプレス体を作製し、このホットプレス体を機械加工することにより直径：500mm、厚さ：5mmの寸法を有し、前記配合組成と同じ成分組成を有する円盤状の本発明ターゲット29～42、比較ターゲット5～6および従来ターゲット3を作製した。

【0020】これら本発明ターゲット29～42、比較ターゲット5～6および従来ターゲット3について相対*

*密度を測定し、さらにJISR1601による3点曲げ強さを測定してその結果を表3に示したのち、これらターゲットをモリブデン製の冷却用バックングプレートに純度：99.999重量%のイリジウムろう材にてハンダ付けし、これを高周波マグネトロンスパッタリング装置にセットし、

・スパッタガス：Ar、

30 ・スパッタガス圧力 5×10^{-3} Torr、

・スパッタ電力：13.56MHzの高周波電力1500Kw (約8.5W/cm²)、

の条件で30時間大電力スパッタリングを行い、ターゲットに割れが発生したか否かを目視にて観察し、その結果を表3に示した。

【0021】

【表3】

ターゲット		粉末の配合組成 (モル%)			ターゲットの特性		
		SiO ₂	In	ZnTe	相対密度 (%)	曲げ強度 (N/mm ²)	30時間大電力スパックした後のターゲット割れの有無
本発明	29	20	0.5	残	97	36.5	無
	30	20	2.2	残	97	37.9	無
	31	20	4.8	残	98	38.0	無
	32	20	7.3	残	97	38.0	無
	33	20	9.9	残	98	39.4	無
	34	20	13.7	残	97	38.6	無
	35	20	17.5	残	98	39.0	無
	36	20	19.9	残	97	40.0	無
	37	20	22.3	残	98	42.1	無
	38	20	26.4	残	97	41.1	無
	39	20	29.6	残	97	39.9	無
	40	30	9.0	残	97	43.4	無
	41	25	15.5	残	97	40.3	無
	42	10	10.0	残	97	39.4	無
比較	5	20	*0.2	残	95	31.2	有
	6	20	*33	残	97	40.5	無 (但し、膜の透明度減少)
従来3		20	*—	残	94	28.5	有

(*印は、この発明の範囲から外れた値を示す)

【0022】表1～表3に示される結果から、Inを0.5～30モル%含む本発明ターゲット1～42は、Inを含まない従来ターゲット1～3およびInの含有量が0.5モル%未満である比較ターゲット1、3、5に比べて曲げ強さが高く、またInを0.5～30モル%含む本発明ターゲット1～42は、大電力スパッタリングを30時間行ってもスパッタ割れが発生しないが、Inを含まない従来ターゲット1～3およびInの含有量が0.5モル%未満である比較ターゲット1、3、5は大電力スパッタリングを行なうと割れが発生することが分かる。また、Inを30モル%越えて含む比較ターゲット2、4、6は、このターゲットを使用して得られ*

*た膜の透明度が低下するので好ましくないことが分かる。

【0023】

【発明の効果】上述のように、この発明のInを含む光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットは、曲げ強さが高いので大型のターゲットを作製することができ、さらに大電力スパッタリングを行ってもスパッタ割れが発生しないので従来よりも効率良く相変化型光ディスクなどの保護膜を形成することができ、したがって光ディスクの生産効率の向上およびコスト削減を行うことができ、光メディア産業の発展に大いに貢献し得るものである。